Hard dragee production using sorbitol to replace sugar - gives sugar-free products avoiding tooth decay and with a more refreshing taste e.g.

chewing gum

Patent Assignee: DEVOS F (DEVO-I); QUETTE FRERES (QUET-N); ROQUETTE FRERES

SA (ROQF)

Number of Countries: 015 Number of Patents: 014

## Patent Family:

Patent ram	шу.					_	*** 1	
Patent No	Kind	Date	Appl	licat No	Kind	Date	e Week	
BE 885778	Α	1981	0417				98118 B	
WO 810110	0 A	1981	0430				8120	
FR 2467597	' A	1981	0515			19	98127	
NO 8101994		1981	0824				8138	
EP 37407	A	198	11014	EP 8090	1943	Α	19801016	198143
DK 810262	1 A	198	11123			1	98151	
JP 5650136:		198	10924			1	98152	
FI 8101850	A	198	11130			_	98201	
US 4423086	6 A	198	31227	<b>US 812</b>	76361	$\mathbf{A}$	19810616	198403
EP 37407	В	1984	40222			1	98409	
DE 3066710	) Ĝ		40329			19	98414	
CA 1168082		_	40529			1	98426	
CH 645782			41031			1	98447	
IT 1133715			60709			1	98802	
11 1133/13	ט	1,0	00,00					

Priority Applications (No Type Date): CH 802652 A 19800403

Cited Patents: BE 676369; DE 2636152; FR 1137104; FR 2108470; FR 2361105;

GB 1123336; US 2841528; US 2925365; US 3185626; US 3361631

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

WO 8101100 A F

Designated States (National): AU DK FI JP NO US

Designated States (Regional): DE GB NL SE

A F EP 37407

Designated States (Regional): DE GB NL SE

B F EP 37407

Designated States (Regional): DE GB NL SE

## Abstract (Basic): BE 885778 A

Process for producing hard dragees using sorbitol comprises (a) addition of a syrup contg. 60-85 wt.%, pref. 62-80 wt.%, of dry materials, of which greater than 80%, pref. greater than 95% is sorbitol, to a moving bed of the nucleui to be coated and (b) the temperature in the moving bed of nuclei to be coated being maintained at less than 50 deg.C, pref. 50 -10 deg.C, so that when the sorbitol syrup is contacted with the nuclei to be coated the level of satn. is 0.65-1.25, pref. 0.8-1.15.

Dragee production without use of sugar for confectionary and pharmaceuticals e.g. chewing-gum, liquorice bonbons. The use of sorbitol avoids tooth-decay etc. associated with sugars and produces a product with a more refreshing taste and less sugar.

Derwent Class: B07; D13; P42

International Patent Class (Additional): A23G-003/30; A61K-009/36;

B05D-000/00; G01K-009/32



# SUOMI-FINLAND (FI)

Patentti- ja rekisterihallitus Patent- och registerstyrelsen

#### KUULUTUSJULKAISU 68763 [B] (11) UTLÄGGNINGSSKRIFT

- Palestii myönnetty 11 11 1935 C (45) Patert addelat
  - (51) Kv.lk.4/Int.Cl.4 A 61 K 9/36, A 23 G 3/20

(21) Patenttihakemus — Patentansökning	811850
	12.06.81
(23) Alkupāivā — Giltighetsdag	16.10.80
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig	12.06.81
	31.07.85
	PCT/FR80/00151
(86) Kv. hakemus — Int. ansökan (32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet	17.10.79
Ranska-Frankrike(FR) 7925840	
03.04.80 Sveitsi-Schweiz(CH) 2652	

- (71) Roquette Fréres, 62136 Lestrem, Ranska-Frankrike(FR)
- (72) Francis Devos, Merville, Guy Bussiere, La Gorgue, Michel Huchette, Merville, Ranska-Frankrike(FR)
- (74) Forssén & Salomaa Oy
- (54) Menetelmä tuotteiden kovapinnoittamiseksi sorbitolilla ja tämän menetelmän avulla saadut tuotteet - Förfarande för hårdöverdragning av produkter med sorbitol, och produkter som erhållits enligt detta förfarande

### (57) Tiivistelmä

Keksinnön kohteena on menetelmä tuotteiden kovapinnoittamiseksi sorbitolilla. Toisaalta syötetään pinnoitettavia sydämiä sisältävään liikkuvaan kerrokseen sorbitolisiirappia, jonka konsentraatio on 60...85 paino-%, ja toisaalta pidetään kerroksessa vallitseva lämpötila 50...10°C:ssa. Keksinnön mukainen pinnoitusmenetelmä soveltuu erikoisesti sokeritonta tyyppiä oleville makeisja lääketuotteiden alan sydämille.

### (57) Sammandrag

Uppfinningen avser ett förfarande för hårdöverdragning av produkter med sorbitol. Å ena sidan matas till en rörlig bädd av kärnor som skall överdragas en sorbitolsirap med en koncentration om 60...85 vikts-%, och å andra sidan hålles den i bädden rådande temperaturen inom gränserna 50...10°C. Överdragningsförfarandet enligt uppfinningen lämpar sig särskilt för kärnor av sockerfri typ inom området för sötsaks- och läkemedelsprodukter.

			-
		·	

Menetelmä tuotteiden kovapinnoittamiseksi sorbitolilla ja tämän menetelmän avulla saadut tuotteet Förfarande för hårdöverdragning av produkter med sorbitol, och produkter som erhållits enligt detta förfarande

5

10

15

20

25

30

Keksinnön kohteena on menetelmä tuotteiden kovapinnoittamiseksi sorbitolilla, jossa sorbitolia käytetään lisäämällä pinnoitettavien sydämien liikkeessä olevaan kerrokseen siirappia lämpötilan ollessa alempi kuin  $100^{\circ}$ , edullisesti alempi kuin  $90^{\circ}$ C pinnoitettavien sydämien muodostamassa liikkuvassa kerroksessa vallitsevaa lämpötilaa pidettäessä arvossa, joka on alempi kuin  $55^{\circ}$ C, edullisesti  $50...10^{\circ}$ C.

"Kovapinnoittamisella" tarkoitetaan jokaista menetelmää, jonka mukaan ennalta muodostettu elementti eli sydän pinnoitetaan kiinnitarttuvalla pinnoitteella, joka

- suojaa sydäntä ulkopuolisilta fysikaalis-kemiallisilta vaikutteilta, kuten ilmastolliselta kosteudelta ja ilman hapelta,
- antaa valmiille tuotteelle suuremman mekaanisen lujuuden iskuihin ja hankaukseen nähden, samoin kuin entistä miellyttävämmän ulkonäön ja erikoisen maun tai makuaistimuksen.

Kovapinnoitus eroaa "pehmeästä pinnoituksesta" siinä suhteessa, että siihen liittyy pinnoitteen täydellinen kiteytyminen samoin kuin pinnoitteen muodostavassa materiaalissa olevan koko vesimäärän haihtuminen.

Kovapinnoitusta sovelletaan pääasiallisesti makeis- ja lääketeollisuuksissa, jolloin kovapinnoitettaviksi soveltuvista "makeisista" mainittakoon erikoisesti purukumit, pureskeltavat tahnat, makeiset ja lakritsit, kun taas kovapinnoitettaviksi soveltuvia lääketuotteita ovat varsinkin tabletit, puristeet tai sellaiset makeiset, jotka sisältävät lääkeaineita tai muita tehollisia komponentteja.

Sekä em. makeiset että lääketuotteet voivat olla ennestään tunnettua tyyppiä, jolloin ne toisin sanoen sisältävät sokereita, kuten sakkaroosia, dekstroosia, fruktoosia tai glukoosisiirappeja, ja nämä tuotteet voivat myös olla sokeritonta tyyppiä, jolloin ne toisin sanoen pe-

10

15

20

25

35

rustuvat pääasiallisesti polyoleihin, kuten sorbitoliin, ksylitoliin, mannitoliin tai ei-kariogeeniseen eli hammasmätää ei-aiheuttavaan hydrattuun hydrolysaattiin, joka tunnetaan tavaramerkillä LYCASIN (R), eikä niissä ole sakkaroosia, dekstroosia, fruktoosia, glukoosisiirappeja eikä muita vastaavia tuotteita.

Sydän pinnoitetaan akselinsa ympäri pyörivässä kaltevassa säiliössä, jossa on lukuisia liikkuvan massan muodostavia sydämiä, joiden pinnalle pinnoitteen muodostava materiaali jaetaan nestemäisenä.

Tällaisena pinnoitusmateriaalina käytetään tavanomaisesti sakkaroosia.

Sakkaroosi, kuten muutkin sokerit, esim. dekstroosi tai fruktoosi, vaikuttavat biologisesti haitallisesti, varsinkin hammasmätää aiheuttaen.
Suun bakteerit muodostavat näet sangen helposti ja nopeasti happoja
sakkaroosista. Sakkaroosisokerin makua ei myöskään pidetä edullisena,
varsinkaan kuumana vuodenaikana, jolloin kuluttaja haluaa saavansa purukumeista ja makeisista yleensä raikastavan ja vähemmän makean makuaistimuksen.

Varsinkin siinä tapauksessa, että sydän on sokeritonta tyyppiä, on sakkaroosin kariogeenisuus haitaksi käytettäessä sakkaroosia pinnoitteen muodostamiseen.

Tästä syystä on tietenkin jo tällaisissa tapauksissa ehdotettu pinnoitteen muodostamiseen kovapinnoituskäsittelyssä käytettäväksi polyoleja, joita jo aikaisemmin on käytetty kovapinnoitettaviksi tarkoitettujen sokerittomien makeis- tai lääketuotteiden valmistamiseksi.

Tähän tarkoitukseen käytetään nykyään kuten tunnettua ainoastaan ksylitolia ja pienemmässä määrin mannitolia. Näillä on sorbitolin vastakohtana melko pieni hygroskooppisuus ja hyvä kiteytymiskyky, joten kiteytyminen melko helposti saadaan syntymään näiden aineiden vesiliuoksissa tyypiltään hyvin määriteltyjen kiteiden muodostamiseksi.

Jotta ksylitolin avulla saavutettaisiin tyydyttävä tulos on kuitenkin välttämätöntä lisätä erilaisia valmistuksen apu- eli lisäaineita, kuten erilaisia rasva-aineita, erilaisia sideaineita tai suspendoimis-

10

15

20

25

aineita. Pelkästään ksylitolia sisältävät pinnoitteet muuttuvat nopeasti ajan mittaan, jolloin ne säröilevät, niiden alkujaan sileä ulkopinta muuttuu rosoiseksi ja alkuaan luonteeltaan mikrokiteisen pinnoitteen sisäinen rakenne muuttuu karheaksi ja pureskeltaessa suulaelle epämiellyttäväksi, joten ei missään tapauksessa enää voida puhua ksylitolia olevasta kovapinnoitteesta, joka vastaisi sakkaroosin avulla aikaansaatua pinnoitetta.

Sorbitolia on puolestaan pidetty täysin käyttökelvottomana kovapinnoitusmenetelmässä. Niinpä esim. on selvästi osoitettu, että sorbitolia voidaan käyttää ainoastaan sydämen komponenttina, mutta hygroskooppisen luonteensa takia sensijaan ei pinnoitteen komponenttina. Lisäksi tiedetään, että sorbitolin kiteyttäminen on paljon vaikeampaa kuin ksylitolin ja mannitolin kiteyttäminen, ja tätä vaikeutta on korostamassa se seikka, että sorbitolia voidaan saada useina erilaisina kiteisinä muotoina, joista ainoastaan gamma-muoto on stabiili.

Eräässä tunnetussa pinnoitusmenetelmässä käytetään kylläkin sorbitolia pinnoitusaineena, mutta liitettynä ylimäärin käytettyyn ksylitoliin, ja toisaalta pinnoitussiirappina ei ole sorbitolin ja ksylitolin konsentroitunut vesiliuos, vaan sorbitolin ja ksylitolin sula massa, joka pidetään 85...90°C:ssa. On lisäksi tunnettua, että sorbitolia ja ksylitolia ei voida tyydyttävästi käyttää kovapinnoitusmenetelmissä, ja että siinä tapauksessa, että sydämille hienonnetaan sorbitolia tai ksylitolia 50...60-prosenttisena vesiliuoksena, kuten tavallisesti menetellään sakkaroosiliuoksia käytettäessä, saadaan hauraita, säröileviä ja epäsäännöllisiä tuotteita.

Tekniikan tason osalta viitataan patentteihin US-3 185 626, DE-2 146 859, 30 FR-137 104 ja GB-1 123 336. Näistä kahdessa viimeksi mainitussa sorbitoli on mainittu yhtenä komponenttina (GB-patentissa vain mahdollisena), mutta käytetyt menetelmä ovat tästä keksinnöstä eroavat eikä yhtä hyvää kyllästysastetta saavuteta.

Ottaen huomioon sorbitolin paljon pienemmät valmistuskustannukset edellä mainittuihin ksylitoliin ja mannitoliin verrattuna, on hakija, huolimatta niistä edellä mainituista selvästi epäedullisista mielipiteistä, jotka ovat liittyneet sorbitolin käyttöön kovapinnoitusmenetelmissä, laajentanut tutkimuksiaan ja tällöin odottamattomasti ja yllätyksellisesti todennut, että kovapinnoitus sorbitolilla on mahdollista siinä tapauksessa, että otetaan huomioon eräät käyttöolosuhteet, jolloin täten saadut kovapinnoitetut tuotteet täyttävät käytännön eri toivomuksia.

Näin ollen keksinnön mukainen menetelmä tuotteiden kovapinnoittamiseksi sorbitolilla tunnetaan siitä, että siirapin kuiva-aineiden konsentraatio on 60...85 paino-%, edullisesti 62...80 paino-% ja siirapin D-sorbitolipitoisuus on yli 80%, edullisesti yli 95%, jolloin näiden olosuhteiden yhdistelmä edellä mainituissa rajoissa valitaan siten, että sorbitolisiirapin joutuessa kosketukseen pinnoitettavien sydämien kanssa, toisin sanoen liikkuvassa kerroksessa vallitsevan lämpötilan kanssa, on siirapin kyllästysaste rajoissa 0,65... 1,25, edullisesti 0,8...1,15.

Tämän menetelmän erään edullisen suoritusmuodon mukaan on käytetyn sorbitolinsiirapin lämpötila alempi kuin  $100^{\circ}$ C, edullisesti alempi kuin  $90^{\circ}$ C, ja varsinkin alempi kuin  $70^{\circ}$ C.

Sanonnalla "kyllästysaste" tarkoitetaan siirapin määrätyssä lämpötilassa esiintyvän, grammoina/100 cm³ vettä lausutun sorbitolikonsentraation suhdetta sorbitolin maksimikonsentraation tässä määrätyssä lämpötilassa, jolloin tämä maksimikonsentraatio myös lausutaan grammoina sorbitolia/ 100 cm³ vettä. Seuraavassa taulukossa esitetään sorbitolin liukoisuusraja määrätyillä lämpötiloilla:

t <sup>o</sup> C	liukoisuusraja (g/100 cm³)
20	220
25	244
30	278
35	317
40	362
45	425
50	500

Keksinnön mukaiset kovapinnoitetut tuotteet, varsinkin ne, jotka on valmistettu edellä selitetyn menetelmän avulla, tunnetaan siitä, että pinnoite perustuu sorbitoliin, joka on kiteytynyt pinnoitteen koko paksuudelta.

5

15

30

Keksintö selitetään seuraavassa yksityiskohtaisesti oheisten eräitä edullisia suoritusmenetelmiä koskevien esimerkkien avulla.

Haluttaessa näin ollen valmistaa kovapinnoitettuja tuotteita menetel-10 lään seuraavassa selitettävällä tai vastaavalla tavalla.

Tavanomaista tyyppiä olevaan pyörivään kovapinnoitussäiliöön, jossa on välineet sisäisen lämpötilan säätämiseksi, syötetään kovapinnoitettavia sydämiä, jotka ovat makeis- tai lääketuotetyyppiä, ja jotka ovat sokerittomia tai ei, ja hienonnetaan liikkeessä olevalle sydänmassalle sorbitolisiirappia, jonka lämpötila on alempi kuin  $100^{\circ}$ C, edullisesti alempi kuin  $90^{\circ}$ C, ja varsin edullisesti alempi kuin  $70^{\circ}$ C.

Käytetyn hienonnetun sorbitolisiirapin kuiva-ainepitoisuus on 60...85 paino-%, edullisesti 62...80 paino-%, varsinkin 65...77 paino-%.

Tämän sorbitolisiirapin D-sorbitolipitoisuus on yli 80%, edullisesti yli 95% ja erikoisesti yli 99%.

Liikkeessä olevien sydämien muodostamassa kerroksessa vallitseva lämpötila pidetään alempana kuin 55°C, edullisesti 50...10°C:ssa, varsinkin 40...15°C:ssa.

Toisaalta sorbitolisiirapin kuiva-ainepitoisuus ja toisaalta sydänker-roksen lämpötila valitaan edellä osoitetuissa rajoissa siten, että sorbitolisiirapin joutuessa kosketukseen pinnoitettavien sydämien kanssa on tämän siirapin kyllästysaste 0,65...1,25, edullisesti 0,8...1,15.

Pinnoitus tehdään ennestään tunnetulla tavalla peräkkäisissä jaksoissa, joihin jokaiseen sisältyy ensimmäinen vaihe, jossa sorbitolisiirappi lisätään sydänkerrokseen, ja toinen vaihe, jonka kuluessa lisäys
keskeytetään, mutta säiliön pyörittämistä jatketaan ja ylläpidetään

sydänmassassa vallitseva lämpötila, jolloin sydämiä ympäröivä pinnoite kuivuu ja kiilloittuu tämän vaiheen kuluessa.

Pinnoitteen paksuus voidaan valita vapaasti, varsinkin pinnoitettavan 5 sydämen mukaan tai tavoiteltujen vaikutusten perusteella.

Jotta käytännössä saataisiin muodostumaan 1 mm paksu pinnoitevaippa suoritetaan peräkkäin 15...20 lisäystä.

Välineinä lämpötilan pysyttämiseksi liikkeessä olevien sydämien massassa voidaan käyttää laitetta, joka puhaltaa läpötilaltaan säädettyä lämmintä ilmaa.

Keksinnön mukaisten pinnoitusolosuhteiden ansiosta ei käsittelyn missään vaiheessa tapahdu mitään sulamista eikä myöskään muodostumaisillaan olevien sorbitolikiteiden epäsäännöllistä suurenemista, minkä seurauksena käsittelyn lopussa saadaan sileä, kova ja kirkas pinta ilman
pinnassa esiintyviä "appelsiininkuorentapaisia" rosoisuusilmiöitä tai
muita epäsäännöllisyyksiä.

20

25

Nämä olosuhteet pysyttävät lisäksi sorbitolisiirapin viskositeetin sellaisena, että nestefaasi saadaan erinomaisesti jakautumaan sydämille näiden suuretessa, ja täten saadaan syntymään sorbitolin nopea kiteytyminen.

Näissä olosuhteissa ja lämpimän ilmapuhalluksen ansiosta saadaan erittäin hienoja kiteitä ja erinomainen pinnoite.

vutetaan edellä mainittujen olosuhteiden ansiosta. Nämä olosuhteet ovat itse asiassa täysin päinvastaiset verrattuina nykyään yleensä sovellettuihin periaatteisiin, joiden mukaan esim. sakkaroosia käytettäessä käsittely suoritetaan suurta ylikyllästysastetta käyttäen kiteiden muodostumisen edistämiseksi. Hakija on todennut, että käytettäessä sorbitoliliuoksia saman ylikyllästysasteen omaavina kuin joita yleensä käytetään sakkaroosin yhteydessä (ylikyllästymisaste > 1,4), saadaan liian suuri viskositeetti, joka aiheuttaa päähaittaa, nimittäin:

- toisaalta nestemäisen siirapin huonon jakautumisen sydämille, mikä eräissä tapauksissa voi johtaa yhteenliimautumiseen pinnoitussäiliössä, ja
- toisaalta ja ennen kaikkea kiteytymisen huomattavan hidastumisen, mikä johtaa epätäydellisesti kiteyneiden epäsäännöllisten pintojen muodostumiseen. Tämä aiheuttaa puolestaan olennaisina haittoina huonon stabiliteetin ja välittömän raikkauden puuttumisen, mikä viimeksi mainittu ominaisuus on sorbitolin stabiilille kidemuodolle tunnusomainen ominaisuus.

20

25

Hienonnettavaan sorbitolisiirappiin voidaan lisätä erilaisia lisäaineita, kuten väriaineita, aromiaineita tai pinnan laatua parantavia aineita, esim. mehiläisvahaa.

Väriaineista mainittakoon titaanidioksidi, ja aromiaineista mintun, appelsiinin ja sitruunan aromiaineet.

Voidaan myös käyttää sideaineita, kuten kasviskumeja ja gelatiinia, tai rasva-aineita, kuten mono- ja diglyseridejä. Sorbitoliin voidaan myös lisätä muita sokereita, kuten ksylitolia tai mannitolia.

Niiden tuotteiden joukosta, joista pinnoitettava sydän muodostetaan, ja jotka voidaan valita edellä mainittujen makeis- ja lääketuotteiden joukosta, mainittakoon erikoisesti sokerittomat tuotteet keksinnön mukaan saadun pinnoitteen ei-kariogeenisen luonteen takia, ja näistä sokerittomista tuotteista erikoisesti sellaiset ei-kariogeeniset makeiset, jotka sisältävät tavaramerkillä LYCASIN tunnettuun hydrattuun glukoosiin perustuvia siirappeja.

- 30 Siinä tapauksessa, että pinnoitettava sydän kuitenkin sisältää käymiskelpoista sokeria, vaimentaa keksinnön mukaan saatu pinnoite yhdistelmän kariogeenista luonnetta ja antaa tuotteelle muodoltaan stabiilin kiteytyneen sorbitolin ominaistunnusmerkit, varsinkin raikkauden tunnun.
- 35 Keksintöä voidaan täten yleisesti soveltaa kaikkiin kovapinnoitettaviin lääke- ja makeistuotteisiin.

Yleisesti tähdennettäköön, että keksinnön mukaisissa kovapinnoitetuissa tuotteissa on sileä ja kirkas pinta, jossa ei ole juuri mitään vajavaisuuksia, ja joka on kiteinen pinnoitteen koko paksuudelta. Nämä
tuotteet ovat stabiileja jopa erittäin kosteissa ilmastoissa, ja niille on lisäksi ominaista kulutushetkenä erittäin miellyttävä raikkauden
tuntu, mikä aiheutuu sorbitolin suuresta liukenemislämmöstä samoin kuin
sen suuresta liukoisuudesta 37°C:ssa.

# A. Sokeritonta tyyppiä olevan purukumin kovapinnoitus

10

5

Valmistetaan sokerittomia purukumeja soveltamalla 15.6.1979 päivätyssä FR-patentissa n:o 79 15.479 selitettyä menetelmää ja koostumusta.

Valmistetun tuotteen koostumus on seuraava:

15	- Tyyppiä PA-LOJA olevaa peruskumia	25 g	aino-	osaa
	- NEOSORB P - jauhetta 60 (Sp 96°C)	50	11	11
	- Tuotetta LYCASIN ® 80/55, kuiva-ainepitoisuus			17
	80%, sisältää aromeja ja värihajusteita	25	11	••

- Peruskumia, joka ennalta on lämmitetty 75°C:seen, sekoitetaan Küstnertyyppisessä kaukalossa, joka on varustettu lämminvesikierrolla, jolloin myös on läsnä nestefaasi (LYCASIN + hajusteet ja väriaineet), kun taas kiinteä faasi (NEOSORB -jauhe) lisätään vähitellen pienin erin.
- 25 Sirotellaan tahnalle hiukan mannitolia, minkä jälkeen tahna laminoidaan ja leikataan tunnettua muotoa oleviksi pieniksi levyiksi, jotka sitten kovapinnoitetaan.
- Kovapinnoittamista varten 500 g näitä levyjä pannaan "Lilliput"
  tyyppiä olevaan laboratorio-pinnoituslaitteeseen (valmistaja
  Frogerais), jossa on säädetty ilmapuhallus levykerroksen lämpötilan
  pitämiseksi vakiona, sekä tähän kerrokseen sijoitettu lämpömittarisondi. Pinnoittimen pyörimisnopeus on 25...30 kierr/min.
- Pinnoitusaine, jona käytetään sorbitolisiirappia, pidetään vakiolämpötilassa termostaatilla varustetun vesikylvyn avulla.

Pinnoitussiirappi lisätään peräkkäisinä panoksina, jotka sisältävät 20 g siirappia. Nämä panokset lisätään muutamien sekuntien kuluessa joka kymmenes minuutti. Perättäisten lisäysten välinen aika on välttämätön sorbitolin kiteyttämiseksi ja tällöin vapautuneen veden haihduttamiseksi.

Koko lisättävä siirappimäärä riippuu varsinkin pinnoitteen halutusta paksuudesta.

Pinnoittamiseen käytetään sorbitolina tavaramerkillä NEOSORB 70/0,2 tunnettua hydrattua glukoosisiirappia, jonka puhtausaste kuiva-aineista laskettuna on 99%.

#### Esimerkki 1

15

5

Suoritetaan kaksi pinnoituskoetta, jolloin kerroksen lämpötila pinnoitamisen aikana pidetään 30°C:ssa. Tämä arvo määräytyy kumin pehmenemisestä.

Pinnoitussiirapin kuiva-ainepitoisuus on 83%. Näiden kokeiden olosuhteet ja tulokset on esitetty seuraavassa taulukossa I.

Taulukko I

25	Koenumero	1	2
30	Pinnoitussiirapin konsentraatio Pinnoitussiirapin lämpötila Liikkeessä olevan kerroksen lämpötila Pinnoitusjaksojen lukumäärä Käytetty siirappimäärä Havainnot	83% 70°C 30°C 5 100 g	83% 40°C 30°C 5 100 g 0

Tässä taulukossa samoin kuin seuraavissa taulukoissa luonnehtivat rivillä "havainnot" merkityt symbolit vastaavien kokeiden tuloksia. Näiden symbolien merkitykset on yhdistetty seuraavaan taulukkoon:

ala- arvoi- nen	erittäin ala-ar- voinen	huono	erittäin huono	hyväks.	keskin- kertai- nen	hyvä	erittäin hyvä
0	0	0	0	+	+	+ + +	+ + +

10 Pinnoitettujen kappaleiden pinta on turvonnut, siirappi on huonosti jakautunut, ja jokaisen lisäyksen jälkeen tapahtuu pinnoituslaitteessa yhteenliimautumisia.

Näissä molemmissa tapauksissa on käytetty suuria ylikyllästysasteita (ylikyllästysaste 1,70).

#### Esimerkki 2

35

5

Suoritetaan viisi koetta käyttämällä siirappia, jonka kuiva-ainepitoi-20 suus on 70%. Olosuhteet ja tulokset on esitetty taulukossa II.

Taulukko II

ſ	Koenumero	3	4	5	6	7
25	Pinnoitussiirapin konsentraatio Pinnoitussiirapin lämpötila	70% 90°C	70% 70°C	70% 65°C	70% 40°C	70% 40°C
30	Liikkeessä olevan kerroksen lämpötila Pinnoitusjaksojen lukumäärä Käytetty siirappimäärä Havainnot	30°C 14 280 g +	30°C 21 420 g + +	30°C 21 420 g + +	30°C 15 300 g + + +	21

Huomataan, että käytettäessä 70% kuiva-ainepitoisuutta on paraneminen varsin huomattava. Kyllästysaste on tällä konsentraatiolla ja tässä

lämpötilassa 0,85.

Jokaisen jakson alussa esiintyy aina vähäistä liimautumista, minkä jälkeen liikkuva massa nopeasti joutuu fluidaatiotilaan.

Tulokset paranevat sitä mukaa kuin lisäyslämpötila alenee. On tähdennettävä hyvä varastoimiskelpoisuus ja erinomainen välitön raikkaus saatuja tuotteita kulutettaessa.

#### 10 Esimerkki 3

5

15

30

Menetellään esimerkissä 2 selitetyllä tavalla, mutta siirapin konsentraatio on 75% kuiva-aineista (kyllästysaste 1,08). Saavutetut tulokset ovat sangen hyvät, ja pinnoitussiirapin lämpötila ei ylitä arvoa 90°C. Havaitaan saatujen tuotteiden hyvä varastoimiskelpoisuus ja niiden erinomainen välitön raikkaus.

## B. Puristustuotteiden kovapinnoitus

20 Kovapinnoitettavat sydämet valmistetaan pyörivässä Frogerais-tyyppisessä puristuskoneessa, jossa on 16 kpl MR 2-tyyppisiä meistejä, jotka toimivat suoraan puristamalla.

Puristettu tuote on tavaramerkin NEOSORB® 20/60 sorbitolijauhetta,

25 joka on aromatisoitu mintulla ja johon on lisätty voiteluaineena 0,3%
magnesiumstearaattia.

Kovapinnoitus suoritetaan käyttämällä samaa laitteistoa kuin käytetään sokerittomia purukumeja kovapinnoitettaessa.

- NEOSORB -tyyppisiä puristustuotteita kovapinnoitettaessa voidaan kovapinnoituskerroksen lämpötila nostaa 70°C:seen, koska NEOSORB puristustuotteiden sulamislämpötila on yli 95°C.
- 35 Pinnoitusseosta lisätään 20 g joka 10. minuutti.

#### Esimerkki 4

Yhdeksän kokeen avulla on tutkittu kerroksen lämpötilan vaikutusta kovapinnoituksen aikana ja pinnoitussiirapin lämpötilan vaikutusta, kun siirapin konsentraatio on 70% kuiva-aineista.

Näiden kokeiden olosuhteet ja saadut tulokset on merkitty taulukkoon III.

10

5

Taulukko III

									_	1
Ī	koenumero	8	9	10	11	12	13	14	15	16
15	siirapin konsen- traatio (%)	70	70	70	70	70	70	70	70	70
	siirapin lämpö- tila ( <sup>°</sup> C)	90	70	60	90	70	90	80	70	40
20	käsittelyjakso- jen lukumäärä	5	12	14	19	21	21	34	21	21
	lisätty siirappi määrä (g)	100	240	280	380	420	420	680	420	420
25	kerroksen lämpö- tila (°C)	70	70	70	50	40	30	30	30	30
	kyllästysaste	<0,40	<0,40	<0,40	0,56	0,67	0,85	0,85	0,85	0,85
30	havainnot	0	0	0	О	+	+	+	+	+
30		0	0	0	0			+	+	+
		0	0	0					+	+
		0	0				1			+

Taulukon III tuloksia tutkittaessa havaitaan, että käytettäessä pinnoitussiirappia, joka sisältää 70% kuiva-aineita, on kerroksen lämpötila pidettävä pinnoituksen aikana 40°C:n alapuolella. Tämän lämpötila-arvon yläpuolella on sorbitolin liukoisuus erittäin suuri ja 70% kuiva-aineita sisältävä siirappi on näissä olosuhteissa erittäin paljon alikyllästettyä.  $30^{\circ}\text{C}$ :ssa (kokeet 13...16) havaitaan tulosten huomattava paraneminen sitä mukaa kuin pinnoitussiirapin lämpötila alenee arvosta  $90^{\circ}\text{C}$  arvoon  $40^{\circ}\text{C}$ .

Näiden kokeiden yhteydessä tähdennettäköön pinnoitteen hyvä kiteisyys, erinomainen stabiliteetti varastoitaessa ja hyvä välitön raikkaus.

#### 10 Esimerkki 5

Menetellään esimerkissä 4 selitetyllä tavalla, mutta käytetään siirappia, jonka kuiva-aineiden konsentraatio on 75%.

Tulokset, jotka saavutetaan pitämällä liikkeessä olevien sydämien muodostaman kerroksen lämpötila 40°C:ssa, ja pinnoitussiirapin lämpötila alempana kuin 90°C, edullisesti alempana kuin 70°C, ovat erinomaiset.

### Esimerkki 6

20

Suoritetaan kahdeksan koetta esimerkissä 4 selitetyllä tavalla, mutta käyttämällä siirappia, jonka konsentraatio on 80%.

Taulukko IV

									1
	koenumero	17	18	19	20	21	22	23	24
5	siirapin konsen- traatio (%)	80	80	80	80	80	80	80	70
	siirapin lämpö- tila ( <sup>°</sup> C)	70	110	80	70	60	110	50	70
10	käsittelyjakso- jen lukumäärä	14	14	14	14	14	14	14	14
	lisätty siirappi määrä (g)	280	280	280	280	280	280	280	280
15	kerroksen lämpö- tila (°C)	70	50	50	50	50	45	45	30
	kyllästysaste	<0,50	0,80	0,80	0,80	0,80	0,95	0,95	1,43
20	havainnot	0	0	+	+ +	+ +	0	+	0
		0							

Näitä tuloksia tarkastettaessa havaitaan jälleen, että kerroksen lämpötila pinnoituskäsittelyn aikana on määräävä tekijä.

Kokeessa 17 on kerroksessa vallitseva lämpötila, siis  $70^{\circ}$ C, liian korkea.

Kerroksen lämpötilassa  $50^{\circ}$ C tulokset ovat tyydyttävät, kun siirapin lämpötila on 80, 70 tai  $60^{\circ}$ C (kokeet 19, 20 ja 21).

30

35

Kokeen 18 tapauksessa, jossa pinnoitussiirapin lämpötila on 110°C, on tulos huono (tapahtuu ilmeisesti sydämen pinnan osittaista sulamista uudelleen siirapin lisäyshetkenä, koska sorbitoli sulaa 96°C:ssa).

Kokeen 23 tulos on tyydyttävä, kun kerroksen lämpötila on 45°C.

Kokeen 22 yhteydessä esitetään samat huomautukset kuin kokeesta 18.

- Kokeessa 24, jossa kerroksen lämpötila on 30°C, tulee pinnoitussiirappi liian viskoosiseksi vaiheessa, jossa se lisätään liikkuvaan kerrokseen (kyllästysaste 1,43), joten nestemäinen kalvo jakautuu huonosti.
  - C. Sokeritonta keitettyä karamelli tyyppiä olevien makeisten kovapinnoitus

Sokerimakeisia valmistetaan laboratoriossa haihduttamalla jäännöskosteuspitoisuuteen alle 0,5% sitä tyyppiä olevaa hydrattua tärkkelyshydrolysaattia, jota myydään tavaramerkillä LYCASIN 80/55. Täten valmistetut makeiset pyöristetään pallomaisiksi (halkaisija noin 1,5 cm). Kovapinnoittamiseen käytetään edellä selitettyä materiaalia edellä selitetyissä olosuhteissa. Liikkuvan kerroksen lämpötila pidetään arvossa, joka on alempi tai enintään yhtä kuin 30°C. Tämä arvo määräytyy sydämen muodostavasta materiaalista.

20

10

15

Kaikki kovapinnoitukset suoritetaan käyttämällä 500 g sydämiä.

Olosuhteet on esitetty taulukossa V.

Taulukko V

			т	
koenumero	25	26	27	28
siirapin konsentraatio (%)	70	70	75	80
siirapin lämpötila (°C)	40	90	80	80
käsittelyjaksojen lukumäärä	15	15	15	15
kerroksen lämpötila (°C)	25	25	30	30
kyllästysaste	0,97	0,97	1,1	1,43
havainnot	+	+	+	0
	+	+ +	+	0

Tämän taulukon V tuloksia tarkastettaessa havaitaan, että kerroksen lämpötilan ollessa 25...30°C on kovapinnoite hyvä siinä tapauksessa, että käytetään siirappeja, joiden kuiva-ainepitoisuudet ovat 70 ja 75%. Pinnan kiteisyys on hyvä, samoin kuin välitön raikkaus (kokeet 25,26,27).

Tämä kovapinnoitus parantaa LYCASIN $^{\textcircled{R}}$ -tuotetta olevien makeisten varastointikestoisuutta ja antaa niille miellyttävän välittömän raikkauden.

Kuiva-ainepitoisuuden ollessa 80% (koe 28) tulee pinnoitussiirappi viskoosiseksi, jolloin pinnoituslaitteessa esiintyy huomattavaa yhteenliimautumista, mikä aiheutuu nestemäisen sorbitolin liikasulamisesta.

### Patenttivaatimukset

5

25

- 1. Menetelmä tuotteiden kovapinnoittamiseksi sorbitolilla, jossa sorbitolia käytetään lisäämällä pinnoitettavien sydämien liikkeessä olevaan kerrokseen siirappia lämpötilan ollessa alempi kuin  $100^{\circ}$ , edullisesti alempi kuin  $90^{\circ}$ C pinnoitettavien sydämien muodostamassa liikkuvassa kerroksessa vallitsevaa lämpötilaa pidettäessä arvossa, joka on alempi kuin 55°C, edullisesti 50...10°C, t u n n e t t u siitä, että siirapin kuiva-aineiden konsentraatio on 60...85 paino-%, edullisesti 62...80 paino-% ja siirapin D-sorbitolipitoisuus on yli 80%, edullisesti yli 95%, jolloin näiden olosuhteiden yhdistelmä edellä mainituissa rajoissa valitaan siten, että sorbitolisiirapin joutuessa kosketukseen pinnoitet-10 tavien sydämien kanssa, toisin sanoen liikkuvassa kerroksessa vallitsevan lämpötilan kanssa, on siirapin kyllästysaste rajoissa 0,65... 1,25, edullisesti 0,8...1,15.
- 2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, 15 että käytetyn sorbitolisiirapin kuiva-aineiden konsetraatio on 65...77 paino-%.
- 3. Patenttivaatimusten 1 ja 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että siirapin D-sorbitolipitoisuus on yli 99%. 20
  - 4. Jonkin patenttivaatimuksen 1-3 mukainen menetelmä, tunnett u siitä, että pinnoitettavien sydämien muodostamassa liikkuvassa kerroksessa vallitseva lämpötila pidetään 40...15°C:ssa.
  - 5. Jonkin patenttivaatimuksen 1-4 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että käytetyn sorbitolisiirapin lämpötila on alempi kuin 70°C.
- 6. Jonkin patenttivaatimuksen 1-5 mukaisen menetelmän soveltaminen sokeritonta tyyppiä olevien sydänten kovapinnoitukseen makeis- ja 30 lääketuotealalla.

#### Patentkrav

5

10

25

- 1. Förfarande för hårdöverdragning med sorbitol, vid vilket sorbitolen användes genom att tillsätta en bädd i rörelse av kärnor som skall överdragas en sirap, varvid temperaturen är under 100°C, fördelaktigt under 90°C, varvid temperaturen som råder i den i rörelse stadda bädden av kärnor som skall överdragas hålles vid ett värde lägre än 55°C, lämpligen mellan 50 och 10°C, kännet ecknat därav, att sirapens torrämneskoncentration är mellan 60 och 85 vikts-%, lämpligen mellan 62 och 80 vikts-%, varvid sirapens D-sorbitolhalt är större än 80%, lämpligen större än 95%, varvid kombinationen av dessa förhållanden väljes inom de angivna gränserna så att då sorbitolsirapen kommer i kontakt med kärnorna som skall överdragas, dvs. med den temperatur som upprätthålles i den rörliga bädden, har sirapen en mättningsgrad mellan 0,65 och 1,25, lämpligen mellan 0,8 och 1,15.
- 2. Förfarande enligt patentkravet 1, kännetecknat därav, att sorbitolsirapens torrämneskoncentration är mellan 65 och 77 vikts-%.
- 3. Förfarande enligt patentkraven 1 och 2, kännetecknat därav, att sirapens D-sorbitolhalt är större än 99%.
  - 4. Förfarande enligt något av patentkraven 1-3, k ä n n e t e c k n a t därav, att temperaturen som råder i den i rörelse stadda bädden av kärnor som skall överdragas hålles mellan 40 och 15 $^{\circ}$ C.
  - 5. Förfarande enligt något av patentkraven 1-4, k ä n n e t e c k n a t därav, att den utnyttjade sorbitolsirapens temperatur är lägre än  $70^{\circ}$ C.
- 6. Tillämpning av förfarandet enligt något av patentkraven 1-5 för hårdöverdragning av kärnor av sockerfri typ inom området för sötsaks-och farmaceutiska produkter.

## Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Saksan Liittotasavalta-Förbundsrepubliken Tyskland(DE) 2 146 859 (A 61 K 9/36). Ranska-Frankrike(FR) 1 137 104 (A 61 k). Iso-Britannia-Storbritannien(GB) 1 123 336 (A 61 k 3/22). USA(US) 3 185 626 (167-82).